

**Міністерство освіти і науки України
Тернопільський національний технічний університет
імені Івана Пулюя**

**Кафедра харчової
біотехнології і хімії**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до виконання лабораторної роботи
«Ваги та практика зважування Мірний посуд. Визначення
густини. Визначення рН»
з курсу «Загальна та неорганічна хімія»
*для студентів всіх форм навчання***

Галузь знань: 18. Виробництво та технології

Спеціальність ступеня «Бакалавр»: 181 Харчові технології

**Спеціалізація «Технологія зберігання , консервування та переробки
плодів і овочів».**

**«Технологія зберігання, консервування та переробки
молока»**

Тернопіль 2016

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи «Ваги та практика зважування Мірний посуд. Визначення густини. Визначення рН.» з курсу «Загальна та неорганічна хімія» для студентів І курсу всіх форм навчання спеціальності ступеня «Бакалавр» 181. Харчові технології - Тернопіль: ТНТУ, 2016 -с.31

Укладачі:	ст. викл. Джур Я.Б. ас. Лісовська Т.О.
Рецензент:	д.б.н., проф. Покотило О.С.
Відповідальний за випуск	ст. викладач Джур Я.Б.

Методичні вказівки розглянуті і затверджені на засіданні кафедри харчової біотехнології та хімії

Протокол №7 від 13.06.2016р.

Схвалені засіданням методичної ради факультету інженерії машин, споруд та технологій ТНТУ ім. І.Пулюя.

Протокол №2 від 15.06.2016р.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №6

Тема: Ваги. Техніка зважування Мірний посуд. Методи визначення густини та рН.

Мета: Ознайомитися з видами ваг, які використовуються в лабораторіях для проведення аналізів та навчитися працювати з термохімічними та аналітичними вагами. Ознайомитися з видами мірного посуду, правилами користування та методами перевірки мірного посуду. Ознайомитися з приладами для визначення густини.

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

I. Ваги та правила зважування

Ваги призначені для вимірювання маси, гирки служать робочим еталоном маси.

В залежності від точності, з якою будуть проводити зважування, ваги поділяються на групи:

- Для грубого зважування (точність до грамів);
- Для точного зважування (точність від 0,01 до 0,1г)
- Аналітичні використовують для макро- та мікрохімічних аналізів при зважуванні з високою та найвищою точністю
- Спеціальні терези використовуються для визначення величин, які залежать від маси (вагові вологоміри).

Всі ваги мають набір гирок. На кожній гирці позначена її маса, яка називається номінальною. Істинна маса звично не дорівнює номінальній.

Ваги для точного зважування

Для точного зважування використовують ручні (аптечні), технохімічні ваги.

Найпростішим типом ваги для точного зважування є **аптечні ваги** (рис. 1). Граничне навантаження досягає 100г. Основною робочою частиною є коромисло з підвішаними на ньому двома шальками. Коромисло кріпиться в тримачі з кільцем у верхній частині. Ваги мають вказівну стрілку.

Правила зважування на аптечних вагах.

- Для роботи ваги навішують на спеціальний штатив або палець лівої руки, тоді лікоть лівої руки спирають на стіл, щоб уникнути зайвих коливань коромисла.

- Якщо шальки ваг зрівноважені, то стрілка займе вертикальне положення.
- Гирки кладуть на праву шальку, речовину, яку зважують - на ліву, попередньо поклавши і зрівноваживши на шальці чистий аркуш паперу.

Аптечні ваги незручні в користуванні, тому застосовуються мало.

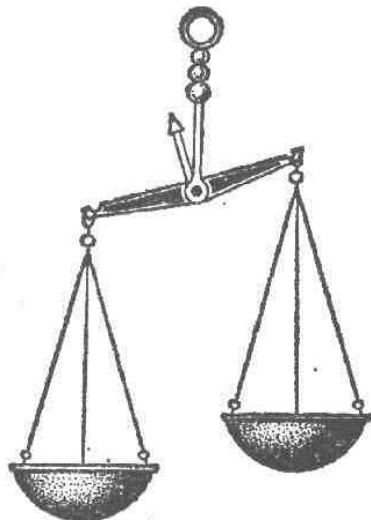


Рис.1. Аптечна вага

Технохімічні ваги

Навантаження технохімічних ваг становить від 200г до кількох кілограм. Допустима похибка вимірювань при найбільшому навантаженні лежить в межах 0,1 – 1,3%.

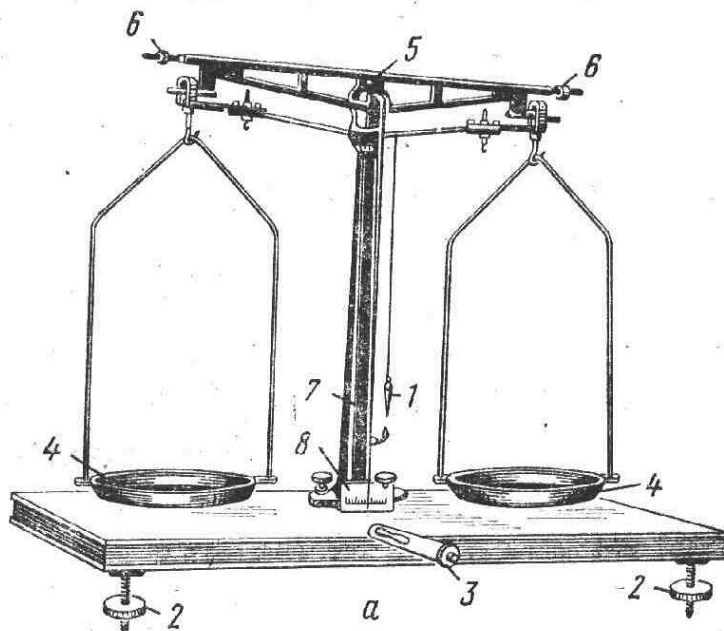


Рис.2. Технохімічна вага

Технохімічні ваги встановлюються стаціонарно, у визначеному місці лабораторії в строго горизонтальній площині. Технохімічна вага (рис.2) має коромисло 5, яке своєю середньою призмою спирається на

дві підставки, вмонтовані на вершечку циліндричного стрижня, який міститься всередині поздовжнього каналу колонки 7. Посередині коромисла прикріплено стрілку, положення якої фіксує шкала 8. На бічні призми коромисла підвішано по «сережці». З «сережки» вниз опущено рамку з дроту, що утримує шальку 4. До колонки 7 на нитці прикріплено загострений знизу висок 1. Якщо цей висок збігається з гострим кінцем закріпленого під ним конуса, то вага займає вертикальне положення. Підставка ваги встановлена на трьох ніжках, одна з яких закріплена посередині позаду підставки, а дві ніжки 2 – попереду, з боків підставки. Довжину ніжок можна регулювати, загвинчуючи їх у гайки, закріплені знизу підставки. Обертанням передніх ніжок колонку 7 встановлюють у вертикальне положення. На кінцях коромисла є балансувальні гвинти 6, за допомогою яких вага перед початком роботи врівноважується. Щоб вберегти ребра призми від зношування, терези мають аретир. В неробочому стані ваги аретир поворотом ручки 3 піднімається вгору і піднімає коромисло так, що призми не торкаються колонки. Поворот ручки аретира у зворотному напрямку приводить вагу в робочий стан.

Для зважування застосовують набір точних гирок, розміщених в певному порядку в гніздах футляра (рис.3). Грамові гирки здебільшого нікельовані, але бувають і фарфорові. Найбільша гирка в наборі має масу 500г. Крім грамових гирок ще є міліграмові гирки у вигляді пластинок з алюмінію, нейзельберу або нікелю. Для зручності розпізнавання гирки виготовляють різної форми: п'ятсот- та п'ятидесятиміліграмові – шестигранні, двісті- і двадцятиміліграмові – прямокутні, сто- і десятиміліграмові – трикутні. Кожна міліграмова гирка має зігнутий край або вушко, за яке її беруть пінцетом, коли кладуть на шальки ваги або знімають з них.

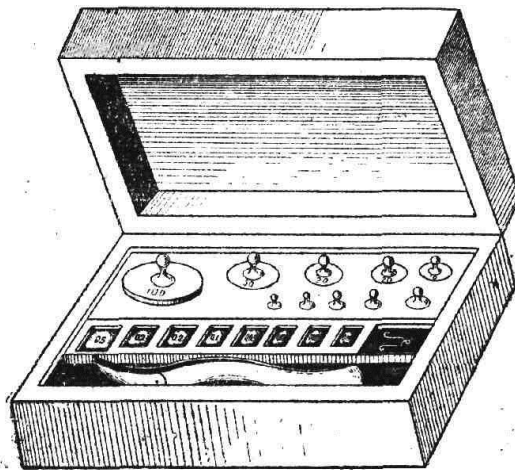


Рис.3 Набір точних гирок

Правила зважування на технічних вагах

1. Перед зважуванням перевіряють по виску, чи правильно стоять ваги, в противному випадку за допомогою гвинтових ніжок добиваються їх правильної установки.
2. До зважування також необхідно перевірити нульову точку. Для цього ручку аретира повільно повертають вправо і дивляться чи на однакове число поділок шкали від нульової відхиляється стрілка. Якщо ж стрілка відхиляється від нуля в одну сторону більше ніж в другу, потрібно за допомогою балансувальних гвинтів добитися рівномірного коливання стрілки. Впевнившись, що ваги працюють правильно можна приступати до зважування.
3. Речовини, що зважують, зручніше ставити по центру на ліву шальку ваги, гирки на праву.
4. Різні речовини зважують на годинниковому склі, в тиглях або в бюксах. Ще до зважування необхідно охолодити речовину до кімнатної температури. Не можна класти на шальки ваги перегріті або сильно охолоджені речовини (предмети).
5. Класти будь – що на шальки ваги або знімати з них можна тільки при піднятому аретирі.
6. Гирки брати лише пінцетом. Потрібно починати з більш важких. Якщо гирка була занадто важкою, її знімають та заміняють наступною за нею меншою. Якщо гирка замала, то, не знімаючи її, додають наступну.
7. На завершення зважування (зрівноважування шальок) вказує однакове відхилення стрілки від нульової точки шкали.
8. Коли зважування закінчено, підраховують результат спочатку по пустих гніздах у футлярі, а потім, знімаючи гирки з шальки ваги, цю цифру перевіряють.
9. По закінченні зважування нічого не залишати на шальках ваги.

Аналітичні ваги

Аналітичні ваги є найточнішим і найнеобхіднішим приладом для проведення зважування. Похибка звичайного аналізу не перевищує десятої долі відсотка. Для аналізу беруть невелику наважку досліджуваної речовини (декілька десятих грама).

Аналітичні ваги бувають різної конструкції: ваги періодичного коливання та демпферні. Ваги періодичного коливання мають недолік

– затухання коливань стрілки проходить повільно, що збільшує час зважування. На демпферних вагах зважування проводиться швидше, оскільки вони мають пристосування для повітряного або магнітного гальмування коливань коромисла та стрілки. Демпферні аналітичні ваги бувають звичайні і напівавтоматичні, з верхнім та нижнім розміщенням демпферів.

Для вагової кімнати підбирають світле сухе приміщення. Температура повинна підтримуватися біля 20°C. Ваги необхідно встановити в горизонтальному положенні на полиці на міцних кронштейнах, закріплених на капітальній стіні. Ваги не можна розміщувати в тих місцях, де стіни вібрують від руху транспорту.

Ваги аналітичні ВЛР – 200

Ці ваги (рис. 4) обладнані демпферним пристроєм та мають блок вмонтованого міліграмового визначення маси. Вантажопідйомність становить 200г. Аналітична вага завжди знаходиться в скляному футлярі – вітрині з передньою стінкою, що піднімається та двома боковими дверцятами, що відкриваються.

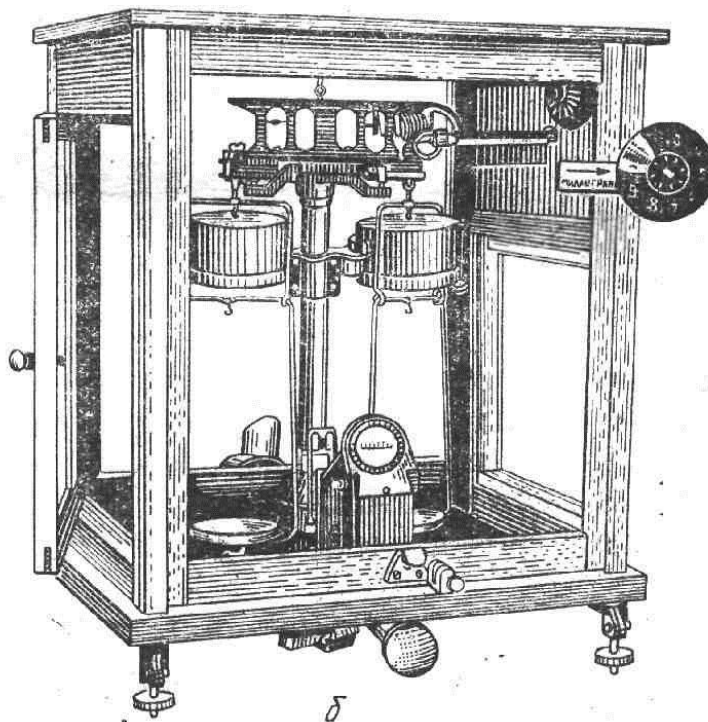


Рис. 4. Аналітична вага ВЛА-200

Правила зважування на аналітичних вагах

1. Футляр з гирками розміщують справа від ваги, речовину, яку зважують, або ексікатор з речовиною, - справа від ваги.
2. Перед зважуванням вагу підключають через трансформатор до електромережі.

3. Повертають диск аретира та спостерігають переміщення освітленої шкали. Якщо нуль шкали співпадає з відліковою лінією, можна починати зважування. Якщо ж не співпадає, то незначним повертанням головки коректора, що знаходиться вище диска аретира, встановлюють нуль на шкалі.
4. Відкривши ліві дверцята бокової стінки ваги, на середину шальки поміщають предмет, що зважують, після чого дверцята закривають.
5. Пористі, порошкоподібні гігроскопічні речовини; леткі речовини, пари яких діють на метал, а також всі рідини зважують в бюксах або в колбах з притертою пробкою.
6. На середину правої шальки ставлять гирки в грамах. За показами терезів спостерігають, відкривши аретир. Якщо мікрошкала на екрані переміщується вліво від відлікової лінії, то предмет, який зважують, тяжчий ніж гирки. Аретир закривають і ставлять нові гирки.
7. Автоматично накладають та знімають гирки десятих (сотих) грама за допомогою зовнішнього та внутрішнього дисків (лімбів). Кожна поділка зовнішнього диска відповідає навантаженню в $100 \div 900$ мг, внутрішнього диска відповідає навантаженню в $10 \div 90$ мг.
8. Коли остання кільцева гирка буде лишньою, внутрішній диск переводять на одну поділку назад і дають терезам заспокоїтися. На світловій шкалі видно, яка поділка шкали співпала з нерухомою лінією. Перша цифра зі знаком „+” дає третій знак після коми (тисячні грама), а поділки між цими цифрами дає четвертий знак після коми (десятитисячні грама).
9. Після завершення зважування відкривають ліві дверцята, забирають речовину, яку зважували, дверцята закривають. Відкривають праві дверцята, знімають гирки, положення внутрішнього та зовнішнього дисків виставляють на «0».
10. Футляр з гирками повинен бути закритий, коли не проводять зважування.
11. Коли вагами не користуються всі дверцята повинні бути закриті.

Торсійні або пружинні ваги

Ці ваги відрізняються від аналітичних конструкцією та принципом дії. Зважування на них проводиться дуже швидко і досить

точно. Ці ваги використовують для визначення маси дуже малих кількостей (від 100мг до 20мг) різних матеріалів. Торсійні ваги бувають двох типів: а) з нерухомою циферблатною шкалою і рухомою стрілкою (рис. 5); б) з рухомою шкалою і нерухомою стрілкою (рис. 6). Ваги встановлюють по рівню, який знаходиться на одній з ніжок. Максимальне навантаження: а) до 20мг з найменшою поділкою шкали в 0,02мг; б) до 100мг з найменшою поділкою шкали в 0,1мг. Для постійного контролю торсійних ваг їх забезпечують набором точних перевірених гирок.

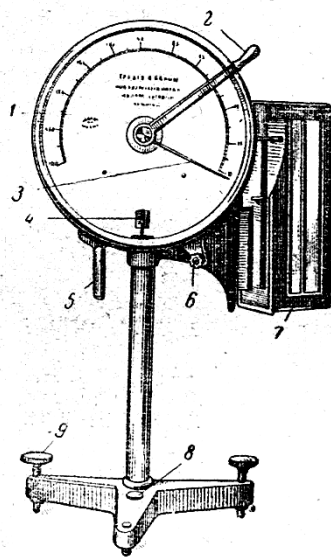


Рис. 5. Вага торсійна з рухомою стрілкою:

1-шкала; 2-ручка; 3-вказівна стрілка; 4-контрольна мітка; 5- ручка аретира; 6-головка регулятора; 7-футляр для шальки; 8- рівень; 9-установочний гвинт

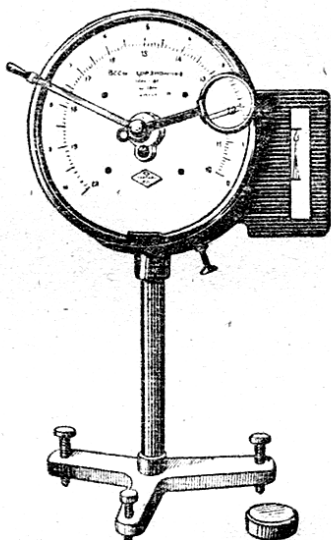


Рис.6. Вага торсійна з нерухомою стрілкою

II. Мірний посуд.

Для вимірювання об'єму рідин використовують градуйований мірний посуд.

Для приблизного вимірювання об'єму використовуються мірні циліндри, мензурки, конічні колби та склянки з градуюванням, мірні пробірки.

Мірні циліндри – скляний товстостінний посуд циліндричної форми з нанесеними на зовнішній стінці поділками, які вказують об'єм рідини в мілілітрах (рис.7). Вони бувають різної місткості від 5÷10мл до 1л і більше. Щоб відміряти необхідний об'єм рідини, її наливають в мірний циліндр, поки нижній меніск не досягне рівня необхідної поділки. Для спеціальних робіт використовують циліндри з пришліфованими пробками.

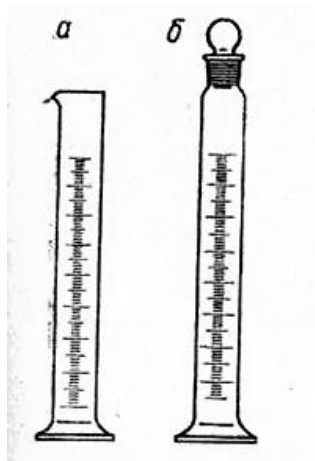


Рис. 7. Мірні циліндри: а) з носиком; б) з пришліфованою пробкою

Крім циліндрів для вимірювання об'єму користуються **мензурками** (рис.8). Це посуд конічної форми, на стінках якого є поділки. Найменша ціна поділки складає 10% для мензурок місткістю 50, 100, 250мл і 5% для мензурок ємністю 500, 1000мл. Мірні циліндри та мензурки не можна нагрівати. Від нагрівання вони розтріскуються.

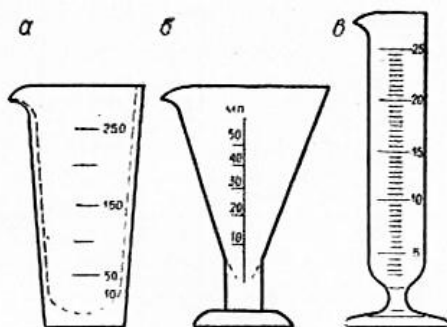


Рис.8. Мензурки: а) без підставки; б) конічна з підставкою; в) циліндрична з підставкою

Градуйована конічна колба та мірний стакан (рис.9) використовуються для різних аналітичних робіт, для титрування, перекристалізації органічних речовин із летких розчинників. На

боковій поверхні колби та стакана є поділки для вимірювання приблизного об'єму.

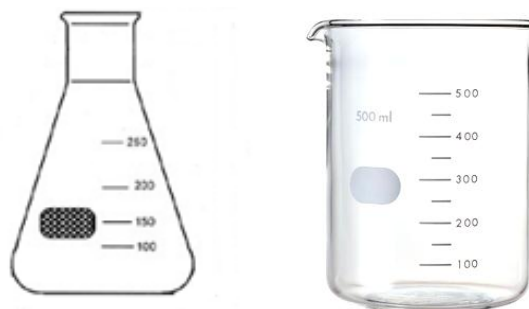


Рис. 9. Градуйована конічна колба та мірний стакан

Градуйовані пробірки поділяються на мірні (рис.10а) та центрифужні (рис.10б). Мірні пробірки призначаються для проведення в невеликих кількостях простих хімічних операцій зі зміною об'єму, а також як мірні циліндри. Центрифужні для одночасного вимірювання об'єму осаду і рідини після центрифугування.

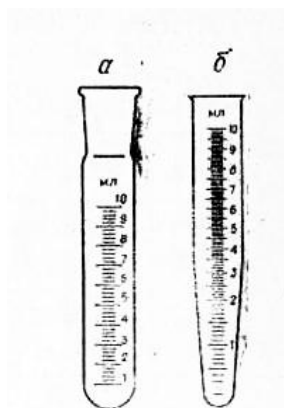


Рис.10 Градуйовані пробірки

Піпетки Мора (рис.11б) – розширений скляний резервуар, який з обох боків переходить у вузькі трубки. Нижня трубка закінчується капіляром; верхня трубка циліндрична і має кільцеву риску, до якої необхідно заповнювати рідиною піпетку для взяття повного об'єму, який зазначений на штампі, нанесеному на верхній трубці чи на розширенні піпетки. Піпетки бувають місткістю від 1 до 100мл. Часто використовуються **градуйовані піпетки** (рис.11а) різної місткості, на зовнішній стінці яких нанесені поділки в 0,1мм.



Рис.11. Піпетки: а) градуйована піпетка; б) піпетка Мора; в) підставка для піпеток

Для наповнення піпетки нижній кінець її опускають в рідину і втягують цю рідину за допомогою гумової груші або ротом. Ротом можна набирати в піпетку лише неагресивні рідини. Рідину піднімають так, щоб вона піднялася на 2÷3см вище мітки, потім швидко закривають верхній отвір вказівним пальцем правої руки, притримуючи в той самий час піпетку великим та середнім пальцями. Коли піпетка наповнена, послаблюють натиск вказівного пальця, і рідина помаленьку витікає з піпетки. Як тільки нижній меніск рідини буде на одному рівні з міткою (рис.12), пальцем знов закривають отвір і переносять піпетку в інший посуд, забирають вказівний палець і дають можливість стекти рідині по стінці посуду, як показано на рис.13. Після того як рідина витече, піпетку тримають ще протягом 5сек. Після чого, не звертаючи увагу на рідину, що залишилася в піпетці, її забирають з колби.

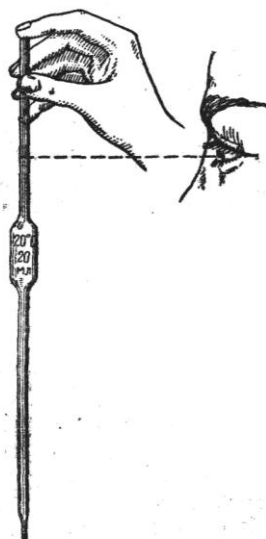


Рис.12. Положення піпетки при встановленні меніска на рівні мітки

Не можна видувати рідину, що залишилася в кінчику піпетки та швидко виливати рідину, тому що при цьому деяка частина рідини залишається на стінках піпетки. Час витікання рідини залежить від розміру нижнього отвору носика піпетки і її місткості:

Місткість піпетки, мл	5	10	25	50	100
Час витікання, с	15	20	25	30	40

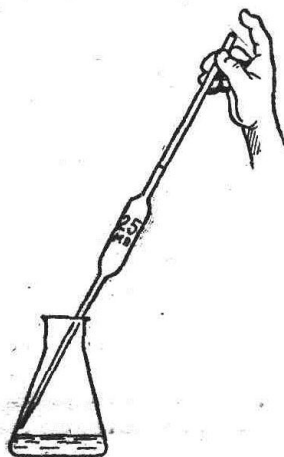


Рис. 13. Виливання розчину з піпетки

Для вимірювання малих об'ємів рідин використовують **градуйовані піпетки** (рис.11а), один кінець яких закінчується короткою відтягнутою вузькою трубкою, через яку всмоктується рідина, а другий – відтягнутим капіляром, через який втягується або виливається потрібний об'єм рідини. Градуйованою піпеткою можна відбирати не тільки один визначений об'єм рідини, але будь - який об'єм в границях її місткості.

Бюретки (рис.14) – це довгі вузькі градуйовані скляні трубки з ціною поділки від 0,1 до 0,01мл, які з одного кінця (знизу) закінчуються коротким звуженням, на яке натягнута гумова трубка із затискачем. В другий кінець гумової трубки вставлена коротка скляна трубка з витягнутим капіляром. Замість гумової трубки із затискачем застосовують гумову трубку із щільно вставленою в неї скляною кулькою або скляний кран. Відповідним стискуванням пальцями затискача або гумової трубки у місці скляної кульки чи повертанням крана рідину випускають з бюретки. Швидкість витікання рідини з бюретки залежить від діаметра її капіляра.

Бюретки градуйовані довгими рисками (мілілітри), які нумеровані числами (звичайно наносять лише парні числові значення), що показують об'єм в мілілітрах від рівня верхньої (нульової) до нижньої довгої риски над рівнем рідини. Десяті частки не нумеровані і їх відлічують від останньої довгої риски над рідиною до рівня рідини в бюретці, який встановлюють за положенням увігнутості меніска рідини. Для цього на меніск потрібно дивитися так, щоб око було на рівні дотичної до меніска увігнутості. Точність таких відліків оцінюється в межах відхилень $\pm 0,01-0,02$ мл. Тому в записах об'ємів, визначених за допомогою бюретки, зазначають соті частки мілілітра.

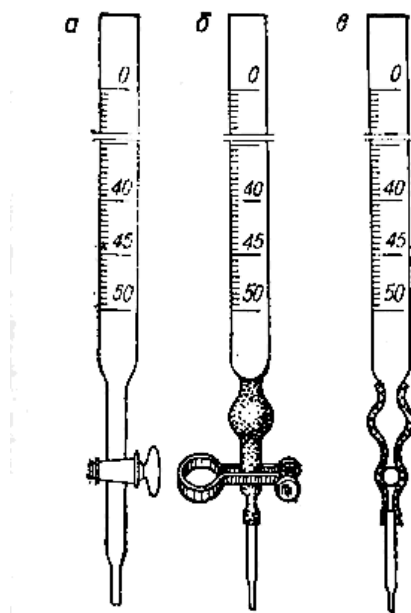


Рис.14. Бюретки прямі: а) з краном; б) з пружинним затискачем; в) з кулькою.

Під час роботи бюретки закріплюють за допомогою лапок на штативах між внутрішньою поверхнею лапки і бюреткою прокладають м'які (з гуми або паперу) прокладки, щоб

затискуванням лапки не поламати бюретку. Закріплена в штативі бюретка повинна бути строго у вертикальному положенні.

Перед наповненням розчином реактиву бюретку знімають із штатива, наливають 5-10мл розчину реактиву, нахиляють її і прополіскують ним стінки. Потім випускають розчин через капіляр у зливний посуд або в раковину і знову закріплюють бюретку в штативі. Після цього вставляють у верхній отвір бюретки лійку і наливають розчин реактиву на 3-5см вище нульової риски. Знявши лійку, піднімають кінчик капіляра вгору і стискуванням затискача або кульки заповнюють розчином гумову трубку і капіляр. В бюретках з краном на кінчик надівають гумову трубку із скляним наконечником, вигинають його і, відкривши кран, випускають повітря. Далі скапуванням розчину через капіляр встановлюють рівень його так, щоб нульова риска бюретки стала дотичною до увігнутості меніска розчину. Для покращення відліку можна користуватися спеціальним екраном з клаптика білого картону, половина якого заклеєна чорним папером. Картон тримають чорною половинкою вниз позаду бюретки так, щоб границя чорного і білого поля знаходилася на 1мм нижче рівня рідини. Меніск тоді здається чорним і різко виділяється на білому фоні. Виливають рідину з бюретки повільно, щоб вона встигала стікати по її стінках.

В бюретки з краном можна заливати всі рідини, за винятком лугів, які можуть викликати «заїдання» крана. Для роботи з лугами використовують бюретки із затискачем або з кулькою в гумовій трубці.

Мірні колби (рис.15) необхідні для виконання більшості аналітичних робіт. Це плоскодонні колби різної місткості. В більшості випадків мірні колби мають пришліфовані скляні пробки. Розрізняють вузькогорлі та широкогорлі мірні колби. На горлі колби є кільцева мітка, а на самій колбі є мітка, яка вказує на місткість колби в мілілітрах при визначеній температурі.

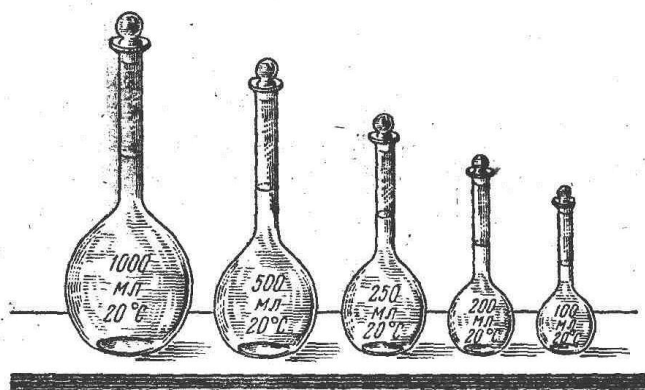


Рис.15. Мірні колби

Мірні колби використовуються для приготування розчинів точної концентрації (молярної та нормальної концентрації).

Для наповнення мірної колби спочатку рідину наливають через лійку нижче від риски на шийці, а потім піпеткою доводять до риски, тримаючи колбу на рівні очей. Щоб шийка колби була у вертикальному положенні, колбу ставлять на горизонтальну поверхню.

Нагрівання мірних колб з метою прискорення розчинення речовин не допускається, тому що колби при цьому змінюють свій об'єм і стають непридатними для подальшого користування.

Калібрування мірного посуду

В практиці хімічних лабораторій деколи доводиться робити перевірку об'єму піпеток, бюреток і мірних колб. Така необхідність виникає при проведенні вимірювань з особливою точністю, при сумнівах в стандартності мірного посуду. Мірний посуд калібрують, визначаючи масу дистильованої води, яка міститься в ній, або вилитій з неї при визначеній температурі і визначеному барометричному тиску. Перед перевіркою мірний посуд ретельно очищують. При перевірці мірного посуду можна використовувати таблицю 1, яка показує, яку масу дистильованої води визначеної температури необхідно взяти при тій же температурі повітря і нормальному атмосферному тиску, щоб об'єм її відповідав 1л при 20°C.

Таблиця 1. Маса 1л води при різних температурах.

Температура води і повітря, °C	Маса 1л води, г	Поправка на кожен міліметр атмосферного тиску
15	997,925	0,00142
16	997,798	0,00141
17	997,659	0,00141
18	997,510	0,00140
19	997,349	0,00140
20	997,177	0,00139
21	996,995	0,00139
22	996,802	0,00138
23	996,61	0,00138
24	996,39	0,00137
25	996,18	0,00137

Якщо тиск нижчий від нормального, то на кожен міліметр різниці додають поправку, вказану в таблиці. Якщо тиск вищий від нормального, то поправку відповідно віднімають.

Правила користування мірним посудом

1. Необхідно користуватися лише добре вимитим мірним посудом. Піпетки і бюретки перед використанням споліскують 2-3 рази невеликими порціями розчину, який збираються відміряти
2. Піпетка при набиранні рідини, бюретка при титруванні повинні завжди знаходитися строго вертикально.
3. Мірними піпетками не можна відміряти рідини, в'язкість яких дуже відрізняється від в'язкості води, наприклад, концентровані кислоти, луги.
4. При наповненні бюреток необхідно слідкувати за тим, щоб кінчик бюретки був заповнений розчином.
5. Необхідне правильне положення очей спостерігача при відліку показів бюретки.
6. Всякий калібрований посуд (піпетки, бюретки, мірні колби) перед використанням необхідно перевірити.
7. Мірні колби не призначені для зберігання розчинів. Після приготування в мірній колбі розчину, особливо лужного, необхідно перелити його в скляний або пластиковий посуд, а мірну колбу вимити.
8. По закінченні роботи піпетки миють дистильованою водою або етиловим спиртом, споліскують $3\div 5$ раз дистильованою водою, встановлюють в штатив для піпеток або в сухий скляний циліндр і прикривають паперовим ковпачком або перевернутою пробіркою для захисту від пилу.

ІІІ. Методи визначення густини.

Густину речовини визначають за допомогою пікнометра, ареометра або та гідростатичної ваги.

Визначення густини за допомогою пікнометрів.

Пікнометрами можна визначити густину газів, рідин та твердих тіл (рис.16). Це скляні тонкостінні посудини з міткою на горловині або з капілярним отвором в пробці, що закривають горловину пікнометра.

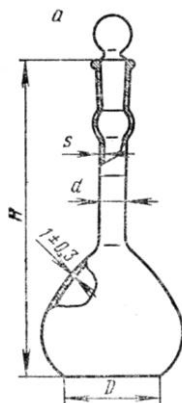


Рис.16. Пікнометр

При дослідних роботах часто користуються пікнометром Оствальда (рис.17а). заповнюють такий пікнометр затягуванням рідини. Для цього на кінець коліна а) надівають гумову трубочку, вільний кінець якої беруть в рот, а кінець коліна б) занурюють в рідину. Затягують рідину як в звичайну піпетку. Потім проводять термостатування та зважування. Пікнометр дає можливість працювати з невеликими кількостями рідини і одержані результати досить точні. В лабораторній практиці також користуються пікнометрами Гей – Люссака (рис.17б), обережного поводження вимагають пікнометри з термометрами (рис.17в).

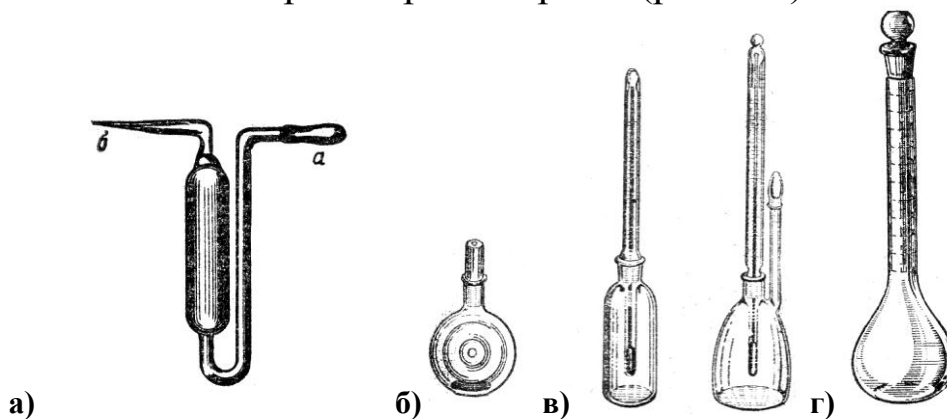


Рис.17 Пікнометри: а) Оствальда; б) Гей–Люссака; в) Менделєєва; г) волюмометр

Для визначення густини твердої речовини і якщо не потрібна висока точність, то використовують волюмометр (рис.17г). Волюмометр - це колба типу мірної з довгим горлом, на якому нанесені поділki з точністю до 0,1мл. У волюмометр наливають рідину, яка змочуватиме тверду речовину, густину якої визначають. Рівень рідини, після доведення її до 20°C, повинен знаходитися на рівні нижньої нульової відмітки. Потім у волюмометр насипають точну наважку подрібненої речовини, колбу злегка струшують для того, щоб рідина змила з внутрішньої поверхні горла всі частинки

твердої речовини. Після цього волюмометр знов поміщають в термостат на 20хв. і знов відмічають рівень рідини в шийці волюмометра. За різницею рівнів рідини до і після насипання досліджуваної речовини визначають об'єм взятої наважки. Густину визначають діленням маси взятої наважки на знайдений об'єм.

Визначення відносної густини ареометрами

При роботі з пікнометрами необхідно витратити багато часу. Ареометричний спосіб відрізняється швидкістю виконання. Визначення густини ареометрами базується на законі Архімеда. Ареометр - денсиметр постійної маси (рис.18) - це скляний поплавок, в нижній розширеній частині якого (корпусі) розміщений вантаж для занурення поплавка, а в середині верхньої вузької частини (стержень) – паперова шкала густин, градуйована в одиницях густини. Ареометри для визначення вмісту речовин у двокомпонентних розчинах мають шкали, градуйовані у відсотках розчиненої речовини (по об'єму або по масі). В якості вантажу служать чисті, сухі металічні кульки, залиті шаром смоли або іншої речовини з температурою плавлення не нижче 80°C. Сучасні ареометри – денсиметри суміщені з термометром. В цих приладах до дна корпусу припаяний резервуар термометра, а над шкалою густин знаходиться температурна шкала. Випускаються також ареометри спеціального призначення: для молока (лактоденсиметри), для визначення сухих речовин в цукровмісних речовинах (цукриметри), для визначення міцності водо – спиртових розчинів (спиртометри).

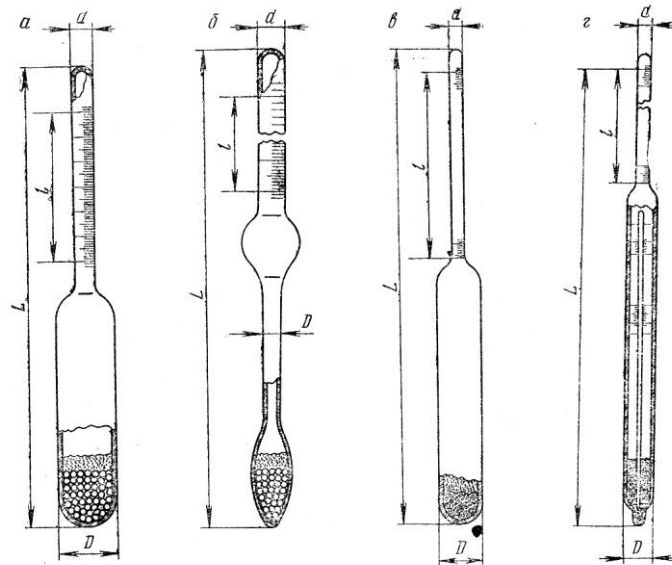


Рис.18. Ареометри

IV. МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ pH

Для визначення концентрації гідроген-іонів використовуються наступні методи: 1) індикаторний метод або колориметричний; 2) електрометричний або потенціометричний; 3) титриметричний.

КОЛОРИМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ pH.

Колориметричне визначення pH розчинів здійснюється згідно двох принципово різних методів: буферному та безбуферному.

Принцип дії **буферного методу** базується на тому, що якщо буферний та досліджуваний розчини мають одну і ту ж концентрацію іонів H^+ , то індикатор, який додавають за однакових умов і до буферного і до досліджуваного розчинів є однаково дисоційованим і викликає однакове забарвлення розчинів. В даному випадку, інтенсивність забарвлення розчинів обумовлена ступінню дисоціації індикатора, а ця остання обумовлює pH розчинів.

В харчовому виробництві часто приходится мати справу з мутними або забарвленими розчинами, тому для визначення pH користуються приладом компаратором. Компаратор (рис.19) – це дерев'яна колодка у формі призми з основою 80x45мм і висотою 75мм.

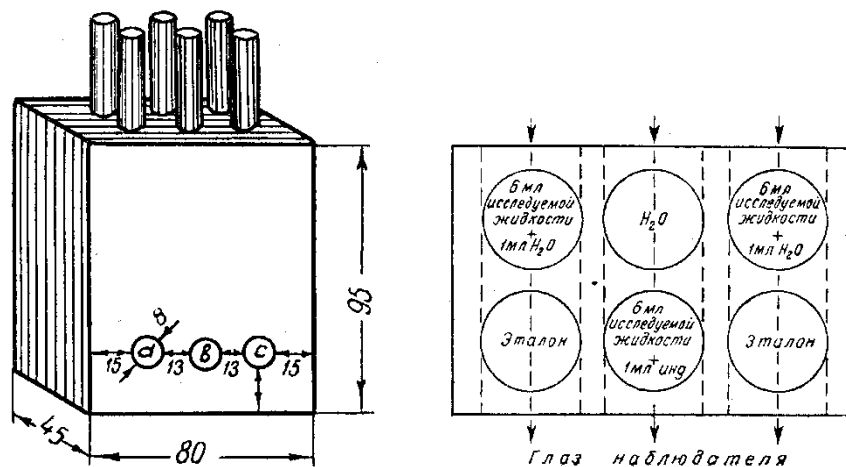


Рис.19. Компаратор і схема розміщення пробірок в ньому

В колодці є шість гнізд для пробірок. В передній стінці компаратора на висоті 22мм від основи відповідно гніздам зроблено три наскрізні отвори діаметром 8мм кожне для розглядання забарвлення рідини в пробірках. Схема розміщення пробірок в компараторі показана на рис. 19. Із схеми видно, що пробірки в компараторі розміщені в два ряди по три пробірки в кожному. В першому (передньому) ряду в крайні гнізда поміщають по одному еталону, які по інтенсивності забарвлення близькі між собою (сусідні

буферні суміші). Вони підбираються з таким розрахунком, щоб забарвлення досліджуваного розчину по інтенсивності співпадала із забарвленням одного з тих еталонів або знаходилася між ними. Для приготування кожного еталона беруть 6мл відповідного буферного розчину і 1мл індикаторного розчину. Між еталонами поміщають пробірку, в яку наливають 6мл досліджуваної рідини і 1мл досліджуваного розчину. В другому (останньому ряді) в крайні гнізда вставляють по одній пробірці, що містить по 6мл досліджуваної речовини і 1мл дистильованої води. Між цими двома пробірками поміщають пробірку з дистильованою водою. Із представленої схеми видно, що кожна пара пробірок (одна з переднього, друга із останнього ряду) розміщена так, що світло проходить через шари досліджуваної рідини, тому різниця змішаного забарвлення кожної пари пробірок залежить тільки від забарвлення індикатора в досліджуваній рідині та в еталонах; вплив власного забарвлення та мутності розчину елімінується. Для кращої орієнтації в нюансах забарвлення використовують матовий і синій світлофільтри, які розміщують позаду наскрізних отворів.

Безбуферний метод. В безбуферному методі визначення рН лежить два методи: метод Джиллеспі з двохкольоровими індикаторами і метод Міхаеліса з однокольоровими індикаторами. Частіше використовується метод Міхаеліса, який легше здійснити. Метод базується на тому, що використовувані однокольорові індикатори безколірні в стані молекул і забарвлені в дисоційованому стані. Інтенсивність забарвлення розчину індикатора у визначених межах залежить від концентрації іонів індикатора. Досліджуваний розчин, до якого добавлений індикатор, порівнюють з рядом розчинів лугу, до яких прибавлений той же індикатор в поступово більших кількостях. В даному випадку різну інтенсивність забарвлення індикатора можна пояснити не різною частковою дисоціацією взятих рівних кількостей індикатора, а різними кількостями індикатора при його повній дисоціації. В цьому полягає принципова різниця безбуферного методу від буферного методу. рН досліджуваного розчину можна визначити за формулою:

$$\text{pH} = \text{pK} + \lg(1-\alpha),$$

де pK – точка переходу для даного індикатора, взята з довідкових таблиць при температурі 18°C ;

α - ступінь дисоціації індикатора в розчині. Величина α визначається експериментально.

ЕЛЕКТРОХІМІЧНИЙ (ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНИЙ) МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ pH.

Метод прямої потенціометрії найбільш широко використовується для визначення активності гідроген – іонів, а також різних катіонів та аніонів з використанням іонселективних мембранних електродів.

При вимірюванні pH розчину використовується система, яка складається з вимірювального та допоміжного електродів. В якості вимірювального електрода при вимірюванні pH використовують скляний електрод, а в якості допоміжного – хлорсрібний електрод. Електродна система при зануренні в досліджуваний розчин розвиває е.р.с., яка лінійно залежить від активності іонів гідрогену і температури розчину. Контакт допоміжного електрода з досліджуваним розчином здійснюється за допомогою електролітичного ключа, що забезпечує витікання насиченого розчину KCl в досліджуваний розчин.

Розчин хлористого калію безперервно просочується через електролітичний ключ, що унеможливорює проникнення з досліджуваного розчину в систему хлорсрібного електрода сторонніх іонів, які могли б змінити величину е.р.с. цього електрода. За допомогою високоомного вимірювального перетворювача е.р.с. електродної системи перетворюється і зчитується з індикатора pH – метра.

pH –метр складається з перетворювача, блоку живлення та набору електродів.

Перетворювач (рис.20) виконаний в корпусі 11 з пластмаси і литої алюмінієвої панелі 1. На лицьовій панелі розміщені органи управління, настроювання, цифровий рідкокристалічний індикатор 2, гніздо 5 для підключення електродів і вилка 10 для підключення термокомпенсатора. На боковій стінці перетворювача є відсік з резисторами 14 для неоперативної настройки. На задній панелі перетворювача є два відсіки: один 17 – для установки автономних елементів живлення, другий 18 – для приєднання блоку живлення.

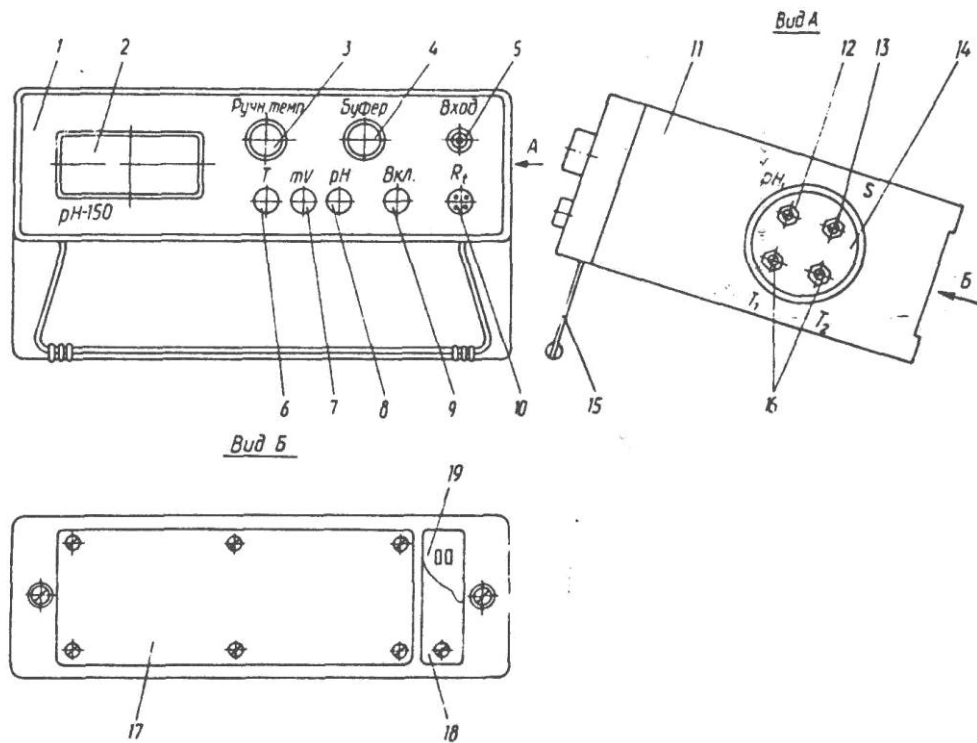


Рис.20. Перетворювач рН – метр 150:

1- лицьова панель; 2-індикатор; 3-резистор встановлення температури аналізу чого розчину при ручній термокомпенсації; 4-змінний резистор для налаштування по буферному розчину; 5-гніздо для підключення електродної системи; 6-кнопка вимірювання температури; 7-кнопка вимірювання mV; 8-кнопка вимірювання рН; 9-кнопка ввімкнення живлення приладу; 10-вилка термокомпенсатора; 11-корпус; 12-резистор для встановлення значення координати рН₁; 13-резистор для регулювання крутизни характеристики електродної системи; 14-відсік з резисторами для неоперативної настройки; 15-ножка; 16-резистори для налаштування початку та кінця діапазону вимірювання температури; 17-кришка відсіку підключення автономних елементів живлення; 18-кришка відсіку блоку живлення; 19-колодка

рН – метр комплектується електродами, які розділяються на групу електродів для роботи в комплекті з електродотримачем і групу електродів, які безпосередньо підключаються до перетворювача (рис.21).

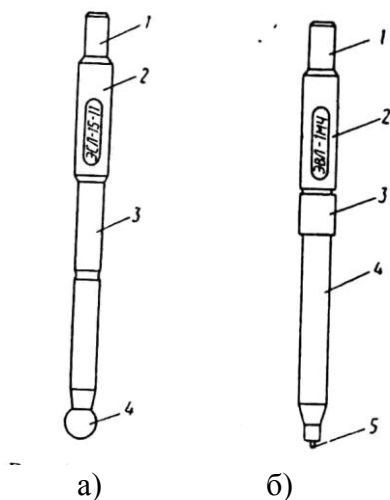


Рис.21. Електроди: а) скляний лабораторний електрод (ЕСЛ-15-11, ЕСЛ-45-11): 1-контакт, 2-втулка, 3-корпус, 4-кулька; б) допоміжний лабораторний електрод (ЕВЛ-1М4): 1-контакт, 2-втулка, 3-гумове кільце, 4-корпус, 5-ключ електролітичний

Підготовка електродів до роботи:

- Скляні лабораторні електроди ЕСЛ-15-11, ЕСЛ-45-11 вимочують в 0,1Н розчині хлоридної кислоти протягом 8год;
- Допоміжний лабораторний електрод ЕВЛ-1М; промивають зсередини дистильованою водою, опустивши вниз гумове кільце, заливають насичений розчин хлористого калію при 20°C, витримують електрод в цьому розчині протягом 48год (в процесі вимірювання отвір повинен бути відкритий).

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід I. Визначення нульової точки методом коливань на техномічній вазі.

1. Поверніть ручку аретира при цьому будуть здійснюватися поступово затухаючі коливання.
2. Нульову точку і точку рівноваги визначте методом багатократних відхилень стрілки коромисла. Виберіть 3÷5 послідовних відхилень стрілки. Перші 2÷3 коливання не враховуйте, наступні три відхилення стрілки в один і другий бік фіксуйте з точністю до десятих за шкалою.
3. Розраховують нульову точку наступним чином:
Відхилення вліво: -3,4 і -2,8; середнє значення -3,1;
Відхилення вправо: +4,0, +3,5 і +3,0; середнє значення +3,5;

Сума відхилень: $+3,5 + (-3,1) = 0,4$;
Знаходимо нульову точку: $+0,4/2 = 0,2$

Дослід 2. Визначення чутливості ваги.

Чутливість – число поділок шкали, на яке відхиляється стрілка ваги, якщо на одну з шальок ваги поміщена наважка масою 1мг. Виражають в поділках шкали на міліграм.

Перевірку технічної ваги проведіть наступним чином:

1. Помістіть дві гирки масою 100г на середину шальок.
2. При зрівноважуванні ваги додати на одну із шальок гирку масою не більше 50мг. При цьому відхилення кінця стрілки від середнього нульового положення повинно бути не менше 5мм. Відхилення стрілки виміряйте лінійкою.
3. На ліву шальку ваги помістіть предмет, що мають зважувати, а на праву – гирки до встановлення стрілки ваги на нульову поділку шкали.
4. Після цього предмет, що зважують, перенесіть на праву шальку, а гирки - на ліву.
5. Якщо одна із шальок буде переважувати іншу, то додаючи або забираючи гирки, знову встановіть точку рівноваги. Дійсна маса предмета дорівнює середньо арифметичному результату цих двох зважувань.

Дослід 3. Визначення абсолютної та відносної похибки при зважуванні речовини на аналітичній вазі.

Проведіть тричі зважування сипучої речовини, виданої викладачем, на аналітичній вазі. Визначте середнє значення маси цієї речовини, абсолютну та відносні похибки.

Дослід 4. Перевірка мірних піпеток.

Визначте на аналітичних терезах масу бюкса з кришкою (бюкс повинен вміщати як мінімум трикратний об'єм піпетки). Дистильовану воду для перевірки піпетки налейте у більшу колбу і протримайте її не менше однієї години, щоб вода прийняла температуру повітря у ваговій кімнаті. Піпетку з однією міткою наповніть водою, як було вказано вище, і спустіть воду в бюкс. Бюкс закрийте кришкою і зважте. Не виливаючи води з бюкса, опустіть в нього знов повну піпетку води і випустіть воду, знов зважте. Таким чином діють і в третій раз. Із трьох значень маси води візьміть середнє значення. Користуючись табл.1, внесіть поправку на

барометричний тиск, визначте істинну ємність піпетки, яку перевіряють.

Дослід 5. Перевірка бюреток.

Перевірки бюреток проводять за масою води, виленої з них від нульової відмітки до різних відміток (від 0 до 10мл, від 0 до 20мл), при визначеній температурі. Техніка виконання та сама, що і для піпеток. Відлік роблять після повного стікання рідини із стінок бюретки.

Границі допустимої похибки ΔV для бюреток II класу при ємності:

V, мл	50	25	10	5	3	2
ΔV , мл	0,10	0,10	0,05	0,02	0,01	0,01

Дослід 6. Перевірка мірних колб.

6.1.Перевірка мірної колби на відливання.

Мірні колби встановіть на рівну горизонтальну поверхню і наповніть дистильованою водою на декілька міліметрів нижче мітки. Після того як вода в колбі набуде температури вагової кімнати, додайте за допомогою піпетки воду точно до мітки, потім вилийте воду в раніше зважену склянку, бюкс або конічну колбу. Дайте стекти краплям води на протязі 10 – 20 с і зважте посуд з водою. Після вирахування маси тари одержіть значення маси води, яка вилита з мірної колби. Це визначення повторіть три рази і визначте середнє значення маси виленої води.

6.2.Перевірка мірної колби на наливання.

Після очистки мірну колбу висушіть в сушильній шафі, сполосніть етиловим спиртом або ацетоном, продуйте сухим повітрям (при необхідності). Суху мірну колбу на декілька годин залишіть біля ваги і зважте з точністю, щоб похибка зважування не перевищувала 0,1% від маси води в об'ємі колби, що перевіряють. Потім колбу наповніть дистильованою водою до мітки, обітріть ззовні сухим рушником і зважте повторно. Користуючись табл.1, по масі води знайдіть похибку в міскості колби, яку перевіряють (якщо така є).

Границі допустимої похибки ΔV для мірних колб II класу при ємності V:

V, мл	1000	500	250	200	100	50	25	10	5
ΔV , мл	0,60	0,30	0,20	0,20	0,20	0,10	0,06	0,04	0,02

Дослід №7. Визначення густини досліджуваної речовини за допомогою ареометра.

1. Досліджувану речовину повільно налейте по стінці в сухий скляний циліндр до $\frac{3}{4}$ його об'єму.
2. З набору ареометрів виберіть ареометр – денсиметр та опустіть його в рідину і залишіть плавати (рис.22). Якщо при зануренні ареометра шкала буде повністю над рідиною, то густина розчину більша за величину шкали ареометра; або, якщо при зануренні шкала буде під рідиною, то густина розчину менша за величину шкали ареометра. Ареометр замініть наступним з набору і так поступайте доти, поки підберете ареометр, який зануриться в рідину на таку глибину, щоб рівень рідини в циліндрі був на мітці шкали ареометра.

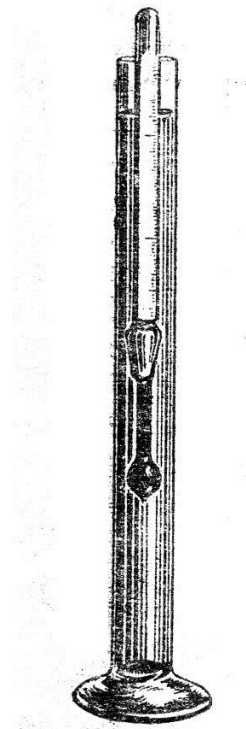


Рис.22. Вимірювання густини ареометром

3. Відмітьте по нижньому меніску поділки шкали ареометра, що співпадає з рівнем рідини в циліндрі, встановлюючи око точно на рівні рідини. Покази густини встановіть з точністю до половини найменшої поділки шкали ареометра. Визначення повторіть 3÷4 рази і знайдіть середню величину з тих, результати яких найбільш близькі один до одного.
4. Величину ρ вказують при температурі 20°C, якщо температура відрізняється від 20°C, тоді внесіть поправку на кожен градус по 0,0002 (при температурі вище 20°C

необхідно прибавити поправку, при температурі нижче 20°C її врахувати).

5. Після визначення ареометр необхідно промити водою, або іншим розчинником, витерти і поставити в спеціальний футляр.

Дослід №8. Визначення відносної густини досліджуваної речовини за допомогою пікнометра.

1. Висушений до постійної маси і охолоджений до кімнатної температури пікнометр зважте з точністю до 0,0001г.
2. Заповніть пікнометр за допомогою піпетки дистильованою водою до мітки. Пікнометр закрийте пробкою і витримайте 20хв. у водяному термостаті, в якому підтримують постійну температуру води 20°C. Час від часу перевіряйте рівень меніска по відношенню до мітки.
3. Вийміть пікнометр з термостата, витріть ззовні м'якою ганчіркою насухо, залишіть під склом аналітичних ваг протягом 20хв. і зважте з точністю до 0,0001г.
4. Після цього пікнометр звільніть від води, висушіть, ополосніть етиловим спиртом або диетиловим ефіром, просушіть сухим повітрям і заповніть досліджуваною рідиною, після чого проведіть ті ж операції, як з дистильованою водою.
5. Густина досліджуваної рідини визначте за формулою:

$$d_{20} = \frac{(m_2 - m) \cdot 0.99823}{m_1 - m}$$

де m - маса пустого пікнометра, г;

m_1 - маса пікнометра з дистильованою водою, г;

m_2 – маса пікнометра з досліджуваною речовиною, г;

0,99823 – значення густини води при 20°C, г/см³.

Дослід №9. Підготовка рН –метра до роботи та визначення на ньому рН досліджуваних розчинів.

- Підготуйте складові частини рН метра – мілівольтметра до роботи. Підключіть електроди в гнізда для вимірювального та порівняльного електрода. Підключіть прилад до електромережі 220В через блок живлення.
- Перевірте електричний нуль перетворювача для чого: відтисніть кнопки «Т», «mV», «рН» на лицьовій панелі перетворювача. Не більше ніж на 1хв. на індикаторі повинно встановитися довільне число від мінус «001» до плюс «001».

Натисніть кнопку «mV», не більше ніж на 1хв. На індикаторі повинно встановитися довільне число в діапазоні від мінус «001» до плюс «001».

- Ручна термокомпенсація використовується при постійній температурі розчинів, автоматична – при змінній температурі. Для встановлення температури розчину при ручній термокомпенсації натисніть кнопку «Т», і повертаючи ручку «РУЧН. ТЕМП.», встановіть на індикаторі необхідне значення температури розчину. При автоматичній термокомпенсації під'єднайте до вилки «R₁» на лицьовій панелі перетворювача автоматичний термокомпенсатор, повернувши ручку «РУЧН. ТЕМП.» проти годинникової стрілки до упору.
- Промийте дистильованою водою електроди вимірювання та порівняння перед зануренням в буферний або контрольний розчини, залишки води з електрода зніміть фільтрувальним папером.
- Покази приладу перевірте по буферних розчинах. Натисніть кнопку «рН» на лицьовій панелі і встановіть резистор «рН₁», розміщений на боковій стінці, приблизно в середнє положення. Електроди порівняння та вимірювання занурте в склянку з першим стандартним буферним розчином (електроди не повинні торкатися стінок і дна). Величина рН цього буферного розчину дорівнює 1,1рН. Повертаючи вісь резистора «БУФЕР», встановіть на індикаторі значення «0,00».
- Після цього промийте електроди дистильованою водою, просушіть фільтрувальним папером і занурте в другий буферний розчин з рН при 20°С дорівнює 9,22рН. Повертаючи вісь резистора «S» на боковій стінці, встановіть на індикаторі значення, що дорівнює різниці рН другого і першого буферного розчинів при заданій температурі.
- Повертаючи вісь резистора «БУФЕР», встановіть на індикаторі значення величини рН другого буферного розчину.
- Буферні розчини готують з фіксаналів кваліфікації «для рН-метрії», розраховані на приготування 1л розчину. В якості розчинника фіксаналів використовують дистильовану воду, попередньо прокип'ячену (30 – 40хв.) для усунення СО₂ і охолоджену до кімнатної температури. Налаштування приладу

повинна здійснюватися по двох стандартних розчинах з 1,68 рН і 9,22 рН (фіксанали цих буферних розчинів комплектуються разом з приладом). Не можна проводити перевірку рН – метра по розчинах приготовлених не з фіксаналів.

- По закінченню перевірки приладу електроди промийте дистильованою водою, витріть фільтрувальним папером і помістіть в склянку з досліджуваною речовиною. Відлік проведіть по індикатору.
- Після завершення роботи електроди промийте дистильованою водою, занурте у воду або в розчин хлоридної кислоти $C_m = 1 \text{ моль/л}$.

